

- 7.3 V případě *olejů a tuků* se přesně naváží 25 g vzorku do kelímku vhodné velikosti. Zuhelnatí se zapálením látky proužky bezpopelného papírového filtru. Po spálení se zvlhčí co nejmenším množstvím vody. Vysuší se a spálí podle popisu v bodu 5.

## N. STANOVENÍ OBSAHU POPELA NEROZPUSTNÉHO V KYSELINĚ CHLOROVODÍKOVÉ

### 1. Účel a rozsah

Tato metoda umožňuje stanovení obsahu minerálních látek nerozpustných v kyselině chlorovodíkové v krmivech. Podle druhu vzorku mohou být použity dvě různé metody.

- 1.1 *Metoda A*: použije se pro krmné suroviny organického původu a pro většinu krmných směsí.
- 1.2 *Metoda B*: použije se pro minerální suroviny a minerální krmné směsi a pro krmné směsi, u nichž je obsah látek nerozpustných v kyselině chlorovodíkové, stanovený metodou A, vyšší než 1 %.

### 2. Princip

- 2.1 *Metoda A*: vzorek se zpopelní, popel se povaří s kyselinou chlorovodíkovou a nerozpuštěný zbytek se přefiltruje a zváží.
- 2.2 *Metoda B*: vzorek se rozpustí v kyselině chlorovodíkové. Roztok se přefiltruje, zbytek na filtru se zpopelní a dále se postupuje podle metody A.

### 3. Chemikálie

- 3.1 Kyselina chlorovodíková 3 mol/l.
- 3.2 Kyselina trichloroctová, 20% roztok (w/v).
- 3.3 Kyselina trichloroctová, 1% roztok (w/v).

### 4. Přístroje a pomůcky

- 4.1 Topná deska.
- 4.2 Elektrická muflová pec s termostatem.
- 4.3 Spalovací kelímky z křemíku, porcelánu nebo platiny, buď pravoúhlé (asi 60 × 40 × 25 mm) nebo kulaté (průměr 60–75 mm, výška 20–40 mm).

### 5. Postup

#### 5.1 *Metoda A*

Vzorek se zpopelní podle postupu uvedeného v metodě pro stanovení obsahu popela. Může se použít rovněž popel získaný při uvedeném stanovení.

Popel se pomocí 75 ml kyseliny chlorovodíkové (3.1) převede do 250–400 ml kádinky. Uvede se pomalu do varu a mírně se vaří patnáct minut. Teplý roztok se přefiltruje přes bezpopelný papírový filtr a zbytek na filtru se promyje teplou vodou do vymizení kyselé reakce. Filtr s promytým zbytkem se vysuší a potom zpopelní v předem zváženém kelímku při teplotě minimálně 550 °C a maximálně 700 °C. Nechá se vychladnout v exsikátoru a zváží se.

#### 5.2 *Metoda B*

Do 250–400 ml kádinky se naváží 5 g vzorku s přesností na 1 mg. Přidá se postupně 25 ml vody a 25 ml kyseliny chlorovodíkové (3.1), promíchá se a nechá se stát, dokud neustane pění. Přidá se dalších 50 ml kyseliny chlorovodíkové (3.1). Po ukončení vývoje plynu se kádinka umístí na vroucí vodní lázeň, kde se ponechá 30 minut nebo v případě potřeby déle, aby mohlo dojít k hydrolyze veškerého přítomného škrobu. Přefiltruje se

za horka přes bezpopelný papírový filtr a filtr se promyje 50 ml horké vody (viz poznámka 7). Filtr se zbytkem se vloží do spalovacího kelímku, vysuší se a potom zpopelní při teplotě minimálně 550 °C a maximálně 700 °C. Po spálení se popel převede pomocí 75 ml kyseliny chlorovodíkové (3.1) do 250–400 ml kádinky; pokračuje se podle druhého odstavce bodu 5.1.

#### 6. Výpočet a vyjádření výsledků

Vypočítá se hmotnost zbytku po odečtení hmotnosti kelímku (táry). Výsledek se vyjádří jako procento vzorku.

#### 7. Poznámka

Jestliže je filtrace obtížná, je možno nahradit 50 ml kyseliny chlorovodíkové (3.1) 50 ml 20% kyseliny trichloroctové (3.2) a zbytek na filtru promývat teplým roztokem 1% kyseliny trichloroctové (3.3).

### O. STANOVENÍ OBSAHU UHLIČITANŮ

#### 1. Účel a rozsah

Tato metoda umožňuje stanovení obsahu uhličitánů vyjádřených obvykle jako uhličitan vápenatý ve většině krmiv.

Nicméně v některých případech (např. u uhličitanu železnatého) musí být použita zvláštní metoda.

#### 2. Princip

Uhličitany se rozloží v kyselině chlorovodíkové; vzniklý oxid uhličitý se změří v kalibrované trubici a jeho objem se porovná s objemem plynu uvolněného za stejných podmínek ze známého množství uhličitanu vápenatého.

#### 3. Chemikálie

- 3.1 Kyselina chlorovodíková, hustota 1,10 g/ml.
- 3.2 Uhličitan vápenatý.
- 3.3 Kyselina sírová, přibližně 0,05 mol/l, obarvená methylčervení.

#### 4. Přístroje a pomůcky

Scheibler-Dietrichův přístroj (viz obrázek) nebo obdobný přístroj.

#### 5. Postup

Podle obsahu uhličitánů ve vzorku se naváží:

- 0,5 g u produktů obsahujících 50–100 % uhličitánů vyjádřených jako uhličitan vápenatý,
- 1 g u produktů obsahujících 40–50 % uhličitánů vyjádřených jako uhličitan vápenatý,
- 2 až 3 g u ostatních produktů.

Navážka vzorku se umístí do zvláštní nádoby (4) přístroje, vybavené malou trubicí z nerozbitného materiálu, která obsahuje 10 ml kyseliny chlorovodíkové (3.1), a nádoba se připojí k přístroji. Trojcestný kohout (5) se otočí tak, aby trubice (1) byla spojena s vnějším prostorem. Pomocí mobilní trubice (2), která je naplněna obarvenou kyselinou sírovou (3.3) a spojena s kalibrovanou trubicí (1), se vyrovnají hladiny na nulu. Kohout (5) se otočí tak, aby byly spojeny trubice (1) a (3), a zkontroluje se, zda je hladina na nule.